



CONFÉDÉRATION SUISSE

BUREAU FÉDÉRAL DE LA PROPRIÉTÉ INTELLECTUELLE

Classification :

8 m, 1/01

Numéro de la demande :

74898/59

Date de dépôt :

1er octobre 1959, 0 h.
(Art. 115, al. 2 LBI)

Priorité : USA, 26 juin 1958 (744676)

(effet limité par l'art. 115, al. 2 LBI)

Demande publiée le

31 janvier 1963

Brevet délivré le

15 mai 1963

Exposé d'invention publié le 29 juin 1963

Conforme au mémoire exposé N° 74898/59

BREVET PRINCIPAL

Union Carbide Corporation, New York (USA)

Procédé pour améliorer la solidité des teintures ou impressions sur articles textiles

Domenick Donald Gagliardi, East Greenwich (R. I., USA), est mentionné comme étant l'inventeur

L'invention est basée sur la découverte que les composés d'aminocoyl-silicium et les complexes métalliques coordonnés de ces composés, appliqués sur des articles textiles naturels et synthétiques préalablement teints ou imprimés, améliorent la solidité des teintures ou impressions, notamment la solidité au lavage.

On préfère appliquer les composés d'aminocoyl-silicium par immersion de l'article textile teint ou imprimé dans une solution aqueuse de ces composés, mais il est tout à fait impossible d'utiliser la pulvérisation ou le foulardage. On peut également utiliser de façon satisfaisante des émulsions des agents fixateurs de colorant. On peut favoriser une répartition plus uniforme de l'agent fixateur de colorant sur les articles textiles teints ou imprimés en ayant recours à des solvants qui ne réagissent pas avec le composé d'aminocoyl-silicium ou en ayant recours à des agents de mouillage.

Parmi les solvants auxquels on peut avoir recours pour favoriser une répartition plus uniforme de l'agent fixateur de colorant, on peut citer les alcools et des éthers-alcools tels que l'éthanol, le propanol, l'isopropanol, le méthoxyéthanol et l'éthoxyéthanol. Comme agents solubilisants auxquels on peut avoir recours avec succès, on peut citer les acides formique, acétique, propionique, lactique, gluconique, glycolique, diglycolique.

On peut également utiliser des acides minéraux à titre d'agents solubilisants et on peut avoir recours à titre de solvant à des hydrocarbures aromatiques solvants tels que le benzène, le toluène et le xylène. Enfin, on peut déposer les agents fixateurs de colorant à partir de solutions alcalines aqueuses.

Un système aqueux comprenant de 40 à 60 parties d'eau, de 40 à 60 parties d'un alcool organique

tel que l'éthanol ou l'isopropanol et 5 % en volume d'un acide monobasique tel que l'acide acétique, est un excellent milieu pour solubiliser et disperser les composés d'aminocoyl-silicium sur pratiquement tout article textile teint ou imprimé.

La concentration des composés d'aminocoyl-silicium dans les solutions de traitement peut être comprise entre 1 % et 5 % en poids et l'on obtient une bonne fixation du colorant dans le cas de la plupart des colorants substantifs, avec des quantités de solides déposés comprises entre 0,1 et 2,0 % en poids.

Les dépôts obtenus d'aminocoyl-silicium sont avantageusement séchés en chauffant l'article textile. Toutefois, un simple séchage à l'air à la température ambiante peut fixer le colorant dans de nombreux cas de façon à fournir une bonne solidité au lavage.

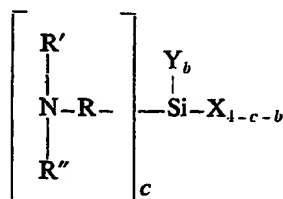
On préfère opérer à des températures de chauffage comprises entre 95° et 180° C pendant des périodes de temps comprises entre quelques minutes et une demi-heure, suivant l'article textile coloré particulier. Lorsqu'on effectue la fixation du colorant sur un textile humide (venu de teinture ou d'impression) on peut incorporer le séchage nécessaire dans les cycles de chauffage requis pour la teinture ou l'impression normale, ou on peut séparer le traitement thermique de ces opérations normales.

Comme articles textiles sur lesquels on peut fixer des colorants par le procédé selon l'invention, on peut citer ceux en coton, lin, ramie, chanvre, jute, éthers de cellulose, esters de cellulose, rayonnées de cellulose régénérées, soie naturelle, tussor et laine.

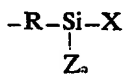
En plus du traitement des fibres teintées de façon classique, on peut appliquer le procédé selon la présente invention pour améliorer la fixation des colorants qui ont été déposés sur les articles textiles de

la façon décrite dans le brevet français N° 1232590. Ce brevet concerne le traitement d'articles textiles par des composés d'aminocoyl-silicium avant la teinture ou simultanément à cette dernière à l'aide de pigments d'origine à la fois naturelle et synthétique ou à l'aide de colorants anioniques, afin d'améliorer le dépôt du colorant sur ce dernier. La solidité de ces teintures et impressions est améliorée par un traitement postérieur de l'article textile teint par un composé d'aminocoyl-silicium conformément à la présente invention.

Les composés d'aminocoyl-silicium utilisés, ainsi que leurs complexes métalliques coordonnés, contiennent d'ordinaire au moins un groupement de formule :



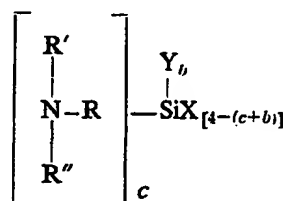
dans laquelle R est un groupe hydrocarbure substitué ou non substitué présentant au moins 3 atomes de carbone entre l'atome d'azote et l'atome de silicium ; R' et R'' représentent de l'hydrogène, des radicaux alcoyle, aminocoyl, cyanoalcoyle, hydroxycoyl, carboxalcoyle, aryle ou le groupement monovalent :



X est un radical alcoxy ou l'atome d'oxygène d'un radical siloxylydyne [$\equiv Si-O-$] ; Y est un radical hydroxy, alcoyle ou aryle ; Z est un radical alcoxy, alcoyle ou aryle ; c est 1 ou 2 ; b est égal à 0, à 1 ou à 2 ; et c plus b n'est pas supérieur à 3.

Ce groupement peut faire partie d'un aminocoylcoylalcoxysilane monomère, d'un aminocoylpolysiloxane, ou d'un copolymère ou d'un simple mélange d'un aminocoylpolysiloxane avec un ou plusieurs autres siloxanes. Il n'est pas essentiel d'appliquer ces matières sous forme pure et les hydrolysats bruts ou solutions aqueuses ou alcooliques aqueuses du composé de silicium peuvent être utilisées.

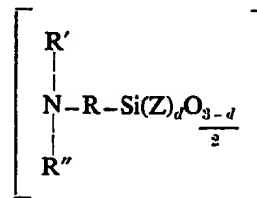
Les aminocoylcoylalcoxysilanes auxquels on peut avoir recours peuvent être représentés de façon générale par la formule suivante :



dans laquelle R, R' et R'' ont la même signification que ci-dessus ; X est un radical alcoxy ; Y est un radical alcoyle ou aryle ; c est égal à 1 ou 2 ; b est égal à 0, 1 ou 2 ; et la somme de c et de b n'est pas supérieure à 3 et de préférence n'est pas supérieure à 2.

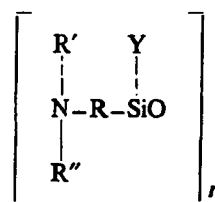
Les aminocoylcoylalcoxysilanes du type ci-dessus et les procédés de production des composés de cette structure sont décrits de façon générale dans les brevets français N° 1140301 et 1184096. De plus, les silanes qui contiennent deux groupes amino peuvent être préparés en faisant réagir une diamine avec le chloralcoylalcoxysilane approprié. Lorsqu'on met les silanes monomères en solution aqueuse, les groupes alcoxy s'hydrolysent lentement de sorte que ces silanes monomères sont finalement convertis en aminocoylpolysiloxanes solubles dans l'eau. Des mélanges aqueux de ces polysiloxanes avec des composés organiques solubles dans l'eau ont une bonne stabilité.

Les aminocoylpolysiloxanes auxquels on peut avoir recours pour la mise en œuvre de l'invention peuvent être linéaires, cycliques ou réticulés. Les aminocoylpolysiloxanes réticulés sont aisément obtenus par hydrolyse puis condensation de silanes trialkoxy-substitués. On peut représenter les polysiloxanes des types ci-dessus de façon générale par la formule de structure (motif) suivante :



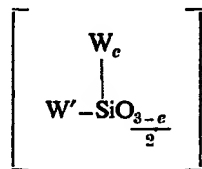
dans laquelle R, R' et R'' ont la même signification que ci-dessus ; Z représente des groupes hydroxyle ou alcoxy ; et (d) a une valeur moyenne comprise entre 0 et 2, et de préférence entre 0 et 1. Comme exemple typique de ces polymères on peut citer le gamma-aminopropylpolysiloxane et le delta-aminobutylpolysiloxane et des hydrolysats contenant des groupes hydroxyle et alcoxy et des condensats de ces polymères.

On obtient des aminocoylpolysiloxanes des types cyclique et linéaire par hydrolyse et condensation de silanes dialcoxy-substitués. On peut représenter ces polymères de façon générale par la formule de structure suivante :



dans laquelle R, R' et R'' ont la même signification que ci-dessus ; Y est un radical alcoyle ou aryle ; et (n) est un nombre entier présentant une valeur d'au moins 3, avec des valeurs moyennes comprises entre 3 et 7 pour les polysiloxanes cycliques et des valeurs supérieures pour les polysiloxanes linéaires. Comme exemples typiques de polymères cycliques, on peut citer les tétramères cycliques de gamma-aminopropylméthylpolysiloxane et de delta-aminobutylméthylpolysiloxane. Les polymères linéaires comprennent le gamma-aminopropylméthylpolysiloxane, le gamma-aminopropyléthylpolysiloxane, le delta-aminobutylméthylpolysiloxane, le gamma-aminobutylméthylpolysiloxane, et les polysiloxanes bloqués aux extrémités dans lesquels de 1 à 3 groupes alcoyle, aryle, alcoxy ou hydroxy sont liés aux atomes de silicium terminaux des molécules formant la chaîne polymère.

Les polysiloxanes copolymères auxquels on peut avoir recours suivant l'invention peuvent contenir des motifs siloxanes consistant en l'un ou l'autre des groupes typiques décrits ci-dessus, en combinaison avec un ou plusieurs autres motifs siloxanes substitués par un groupe hydrocarbure représenté par la formule :



dans laquelle W et W' sont des radicaux hydrocarbure ; et e est un nombre entier présentant une valeur comprise entre 0 et 2. On peut obtenir ces copolymères par cohydrolyse et condensation d'aminosilanes avec d'autres silanes substitués par un groupe hydrocarbure, ou par équilibrage direct d'un mélange d'aminosilanes et d'autres siloxanes substitués par un groupe hydrocarbure.

On peut également avoir recours aux composés d'aminosilicium sous forme de leurs complexes coordonnés avec des métaux tels que le cuivre, le chrome et le cobalt. Par exemple, on peut préparer les complexes de cuivre en faisant réagir les composés de silicium avec des composés tels que le chlorure, l'acétate, le sulfate, l'hydroxyde ou le stéarate de cuivre. On peut préparer ces complexes préalablement ou on peut les former in situ dans le bain de traitement.

Des exemples particuliers de composés d'aminosilicium sont indiqués dans le tableau I ci-dessous ; ces composés sont identifiés par un numéro de référence, repris dans les exemples.

Tableau I

Agent fixateur de colorant, N°	Composé ou composition
1	gamma-aminopropyltriéthoxysilane ;
2	delta-aminobutyltriéthoxysilane ;

Agent fixateur de colorant, N°

Composé ou composition

- 3 copolymère de gamma-aminopropyltriéthoxysilane et de phényltriéthoxysilane (30 % de solides) ;
- 4 solution à 30 % dans l'éthanol du gamma-aminopropylpolysiloxane homopolymère (30 % de solides) ;
- 5 gamma - aminopropylméthyl-diéthoxysilane ;
- 6 copolymère de gamma-aminopropyltriéthoxysilane et de phényltriéthoxysilane (solution dans l'éthanol à 30 %) ;
- 7 N-phényl-N-méthyl-gamma-aminopropyltriéthoxysilane ;
- 8 huile de silicone copolymère comprenant 95,2 % de diméthylsiloxane bloqué aux extrémités par un groupe triméthylsiloxy et 4,8 % de groupe delta-aminobutylméthylsiloxy ;
- 9 homopolymère de delta-aminobutylméthylpolysiloxane ;
- 10 huile de silicone copolymère comprenant 75 % de diméthylsiloxane bloqué aux extrémités par un groupe triméthylsiloxy et 25 % de groupes delta-aminobutylméthylsiloxy ;
- 11 huile de silicone copolymère comprenant le gamma-aminopropyltriéthoxysilane et le vinyltriéthoxysilane (25 % de solides résineux) ;
- 12 huile de silicone copolymère comprenant du gamma-aminopropyltriéthoxysilane et de l'amytriéthoxysilane (30 % de solides résineux) ;
- 13 chélate de cobalt de gamma-aminopropyltriéthoxysilane (17 % dans H₂O) ;
- 14 huile de silicone copolymère comprenant 83,3 % de diméthylsiloxane bloqué aux extrémités par un groupe triméthylsiloxy et 16,7 % de groupes aminopropylsiloxy ;
- 15 gamma-aminopropylpolysiloxane ; l'homopolymère provenant du gamma-aminopropyltriéthoxysilane (50 % de solides dans l'éthanol) ;
- 16 N-naphtyl-gamma-aminopropyltriéthoxysilane ;
- 17 copolymère comprenant 50 % de diméthylsiloxane bloqué aux extrémités par un groupe triméthylsiloxy et 50 % de groupes delta-aminobutylméthylsiloxy ;
- 18 copolymère comprenant 70 % de diméthylsiloxane bloqué aux extrémités par un groupe triméthylsiloxy et 30 % de groupes N,N - bis - (bêta-hydroxyéthyl)-delta-aminobutylméthylsiloxy ;

- 19 copolymère comprenant 27 % de diméthylsiloxane bloqué aux extrémités par un groupe triméthylsiloxyle, 40 % de groupes diphenylsiloxyle et 33 % de groupes delta-aminobutylméthylsiloxyle ;
- 20 copolymère comprenant 68,5 % de diméthylsiloxane bloqué aux extrémités par un groupe triméthylsiloxyle, 25 % de groupes diphenylsiloxyle et 6,5 % de groupes delta-aminobutylméthylsiloxyle ;
- 21 chlorhydrate de N-gamma-triéthoxysilylpropylpyrrolidène ;
- 22 N-bêta-cyanoéthyl-delta-aminobutyltriéthoxysilane ;
- 23 iodhydrate de N,N-diméthyl-gamma-aminopropyltriéthoxysilane ;
- 24 bêta - méthyl - gamma - aminopropyltriéthoxysilane ;
- 25 bis - (bêta - méthyltriéthoxysilylpropyl)-imine ;
- 26 N-méthyl-bêta-méthyl-gamma-aminopropyltriéthoxysilane ;
- 27 N-bêta-carbéthoxyéthyl-gamma-aminopropyltriéthoxysilane ;
- 28 N-bêta-cyanoéthyl-delta-aminobutylméthylpolysiloxane (principalement cycliques) ;
- 29 N-(bêta-furfuryl)-gamma-aminopropyltriéthoxysilane ;
- 30 delta-aminobutylméthyl-diéthoxysilane ;
- 31 delta-aminobutylméthylpolysiloxane (produit brut autrement comparable au 9 ci-dessus-fabriqué par hydrolyse, sans solvant, de 30) ;
analogue à 31 excepté qu'il est fabriqué par hydrolyse à l'aide d'un solvant ;
- 33 delta-aminobutylméthylpolysiloxane incomplètement condensé et contenant ainsi probablement des groupes éthoxy ou hydroxyle liés à l'atome de silicium (60 % de solides dans de l'éthanol) ;
- 34 aminométhyltriéthoxysilane ;
- 35 N-bêta-aminoéthyl-gamma-aminopropyltriéthoxysilane ;
- 36 copolymère comprenant 60 % de diméthylsiloxane bloqué aux extrémités par un groupe triméthylsiloxyle et 40 % de groupe N-bêta-aminoéthyl-gamma-aminoisobutylméthylsiloxyle ;
- 37 N,N-bis-bêta-hydroxypropyl-gamma-aminopropylpolysiloxane ;
- 38 N,N-bis-(bêta-hydroxystéaryl)-gamma-aminoisobutylméthyl-diéthoxysilane ;
- 39 N-octyl-gamma-aminoisobutylméthyl-diéthoxysilane.

Exemple 1

On plonge des échantillons de toile de coton bouillie et blanchie à l'autoclave dans un bain de teinture contenant 1 % en poids de « Metromine RF Rubine 3 BLL » (Pr. 491) un colorant direct, à 82° C. Le rapport du volume du bain au volume du tissu est de 40 : 1. Après 20 minutes, on ajoute 15 % de chlorure de sodium sur la base du poids du tissu pour augmenter l'épuisement du colorant à partir du bain pour l'appliquer au tissu. Après 15 minutes supplémentaires, on enlève les échantillons teints et les rince à l'eau.

On place les échantillons de coton teints dans une série de solutions de parties égales d'eau et d'isopropanol contenant 1 % en poids des agents fixateurs de colorant Nos 1, 4, 8, 9 et 10 (Tableau I). Chacune de ces solutions contient également 1 % d'acide acétique. On agite les solutions et les échantillons pendant 15 minutes à 20° C et on enlève alors les échantillons, les rince à l'eau froide et les sèche pendant 5 minutes à 121° C. Après le séchage, on a fixé une pièce de coton blanche sur chacun des échantillons traités. On a plongé alors individuellement ces échantillons dans l'eau à 71° C, les a agités pendant 1 heure, puis on les a enlevés, rincés et séchés. On a comparé la quantité de couleur déposée sur le tissu blanc et la couleur de l'eau d'immersion pour chacun des échantillons traités avec celle que l'on a constaté avec un échantillon teint qui n'a pas été traité après coup par un agent fixateur de colorant. Dans tous les cas, les composés d'aminoalcoylsilicium ont amélioré la solidité du colorant. La solidité au lavage des échantillons de tissu est comprise entre le témoin non traité (le plus médiocre) en passant par les tissus traités par les agents fixateurs 1, 4, 9 et 10 au tissu traité par l'agent fixateur 8 (le meilleur).

Exemple 2

On traite cinq tissus de rayonne de viscose qui ont été précédemment teints dans un mélangeur à l'aide d'un colorant direct rouge, turquoise, bleu marine, brun et brun cuivre pour les agents fixateurs de colorant Nos 1, 3, 4, 8, 9, 10, 11 et 12. Au cours de ces traitements, on a préparé une solution à 5 % de chacun des agents fixateurs de colorant dans un mélange à 50 : 50 d'eau et d'isopropanol contenant 5 % d'acide acétique. On a foulardé les échantillons de tissus à l'aide de chaque solution de fixation de colorant pour obtenir une absorption d'humidité de 65 % et on les a séchés pendant 5 minutes à 160° C.

Après le séchage, on a déterminé la solidité au lavage des colorants par le processus de l'exemple 1. On a également essayé un échantillon de chaque tissu teint qui n'a pas été traité par un agent fixateur de colorant. Les résultats comparatifs sont indiqués ci-contre ; la solidité au lavage la plus médiocre

de chaque série se trouve au sommet de la colonne et la meilleure à la base.

Colorant turquoise non traité	Colorant brun non traité	Colorant brun cuivre non traité	Colorant rouge non traité	Colorant bleu marine non traité
11	4	11	1	8
9	3	4	3	11
3	12	3	11	4
4	11	9	9	3
12	9	12	12	1
1	8	1	4	9
10	10	10	10	12
8	1	8	8	10

Exemple 3

On a appliqué l'agent fixateur de colorant N° 13 à des substrats de rayonne teints directement en brun et en bleu marine à une concentration de 1 % de solides de foulardage et à 60 % d'absorption d'humidité, puis on les a séchés pendant 10 minutes à 149° C. Sur le tissu brun, cet agent fixateur de colorant donne une excellente fixation de colorant, tandis que sur le tissu teint en bleu marine, les propriétés de fixation du colorant sont légèrement moins efficaces.

Exemple 4

Pour comparer les propriétés de fixation de colorant de l'agent fixateur du colorant N° 9 avec celle d'un agent fixateur de colorant à base de résine d'amine du commerce, on a utilisé les colorants directs suivants pour colorer des échantillons de rayonne de viscose :

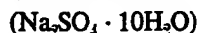
Jaune « jaune solide superlite EFC » (Pr. 629)

Orange « orange solide superlite LLLWF » (Pr. 628)

Rouge « rouge solide superlite 3BL » (Pr. 491)

Bleu « bleu solide superlite GL » (Pr. 611)

Les bains de teinture contiennent 2 % de colorant sur la base du poids des échantillons de tissu. Le rapport du volume du bain au volume du tissu est de 30 : 1. On met chaque colorant sous forme de pâte à l'aide de petites quantités d'alkyl-sulfate de sodium en tant qu'agent de mouillage avant d'ajouter l'eau. On dispose les échantillons mouillés des tissus dans les bains de teinture puis on porte progressivement la température à 82° C. Après 15 minutes, on ajoute 7,5 % de sel de Glauber



sur la base du poids du tissu à chaque bain de teinture. On continue la teinture pendant 15 minutes supplémentaires, on ajoute 7,5 % de sel de Glauber supplémentaire, puis on poursuit la teinture pendant 15 minutes encore. On enlève alors les échantillons du bain, les rince à l'eau froide et les sèche.

On applique les solutions suivantes à chacun des tissus teints ci-dessus à des fins d'essais de fixation de colorant :

A) Témoin-néant ;

B) 0,5 % de l'agent fixateur de colorant N° 9 plus 1 % d'acide acétique dans l'eau ;

C) 0,5 % de l'agent fixateur de colorant du commerce dans l'eau.

On foularde les échantillons à 60 % d'absorption d'humidité pour déposer 0,3 % de l'agent fixateur de colorant sur la base du poids du tissu. On les sèche ensuite et les cuit pendant 10 minutes à 149° C.

On a évalué la perte de colorant et la formation de taches sur un tissu de coton agrafé à l'échantillon comme décrit dans l'exemple 1 sur la base suivante :

Estimation de 4 = forte perte de colorant et formation de taches ;

de 3 = moyenne perte de colorant et formation de taches ;

de 2 = légère perte de colorant et formation de taches ;

de 1 = très faible perte de colorant et formation de taches ;

de 0 = pas de perte ni de formation de taches.

Les estimations des échantillons sont énumérées sur le tableau II ci-dessous et révèlent que l'agent fixateur de colorant N° 9 est supérieur à l'agent fixateur de colorant du commerce dans les conditions de cet essai.

Tableau II

Colorant appliqué (Abrégé)	Estimation de perte de colorant et formation de taches					
	Témoin non traité		Agent fixateur de colorant, N° 9		du commerce	
	Perte	Taches	Perte	Taches	Perte	Taches
Jaune	4	4	0	0	1	1
Orange	4	4	0	0	3	3
Rouge	4	4	0	0	1	0
Bleu	4	4	1	0	3	3

Exemple 5

A — On a comparé un groupe d'agents fixateurs de colorants différents sur des échantillons d'un tissu de rayonne teint directement en brun en utilisant 1 % de solides dans le bain de foulardage à une absorption d'humidité de 60 % pour déposer 0,6 % de solides, après quoi, on effectue le séchage habituel et les essais de perte de colorant dans l'eau chaude. Les résultats sont indiqués sur le tableau III ci-après sur la base de l'échelle d'estimation de l'exemple 4. Les agents fixateurs de colorant N°s 18, 19 et 23 ont été plus efficaces. (A noter que ces trois agents de fixation comprennent des groupes amino primaire, secondaire et tertiaire.) Les silanes à base de phényl- et de naphthyl-amine aromatique (agents fixateurs de colorant N°s 7 et 16 respectivement) ont été moins efficaces à cette concentration.

Tableau III

Agent fixateur de colorant	Perte de colorant et formation de taches
Non traité	4
N° 7	4
N° 16	3
N° 20	2
N° 22	2
N° 18	1
du commerce	0
N° 23	0
N° 19	0

B — On a conduit des essais supplémentaires de fixation du colorant à l'aide de 0,5 % des agents fixateurs de colorant Nos 9, 10 et 17 dans le bain de foulardage qui contient également 1 % d'acide acétique. On a traité un tissu teint à l'aide des quatre colorants directs différents par chaque agent de fixation.

Les résultats sont énumérés sur le tableau IV ci-dessous sur la base de l'échelle d'estimation de l'exemple 4. Les résultats montrent que l'agent fixateur de colorant N° 10 n'est dans l'ensemble que légèrement supérieur à l'agent fixateur du commerce (une résine amine), tandis que les deux Nos 9 et 17 sont supérieurs à l'agent fixateur du commerce. De plus, bien qu'aucun des agents fixateurs de colorant à base d'aminoalcoyl-silicone ne provoque un changement de nuance du tissu écarlate, l'agent fixateur de colorant du commerce donne une couleur marron bleu.

Tableau IV

Agent fixateur de colorant utilisé	Colorant	Perte de colorant et formation de taches
Néant	Turquoise	4
du commerce	—	2
N° 10	—	0
N° 17	—	0
N° 9	—	0
Néant	Brun	4
du commerce	—	2
N° 10	—	3
N° 17	—	1
N° 9	—	0
Néant	Cuivre	4
du commerce	—	3
N° 10	—	2
N° 17	—	1
N° 9	—	0
Néant	Ecarlate	4
du commerce	—	3
N° 10	—	2
N° 17	—	0
N° 9	—	0

C — On a conduit d'autres essais de fixation de colorant avec les agents fixateurs de colorant Nos 5, 9, 14 et 15, au cours desquels on a appliqué 1 % de chaque produit à partir de solutions dans un mélange à 50 : 50 d'eau et d'isopropanol contenant 1 % d'acide acétique. Les résultats sont indiqués sur le tableau V ci-dessous sur la base de l'échelle d'estimation de l'exemple 4.

Ces résultats révèlent qu'un polymère d'un silane (N° 15) est beaucoup plus efficace que le monomère à partir duquel il a été préparé (N° 5).

Tableau V

Agent fixateur de colorant utilisé	Colorant	Perte de colorant et formation de taches
Néant	Ecarlate	4
N° 5	—	4
N° 14	—	3
N° 15	—	0
N° 9	—	0
Néant	Bleu marine	4
N° 5	—	3
N° 14	—	3
N° 15	—	2
N° 9	—	0
Néant	Brun	4
N° 5	—	3
N° 14	—	2
N° 15	—	1
N° 9	—	0
Néant	Turquoise	4
N° 5	—	3
N° 14	—	1
N° 15	—	1
N° 9	—	0

Exemple 6

On a essayé une série d'hydrolysats bruts de composés d'aminoalcoyl-silicium quant à leur efficacité de colorant. Au cours de ces essais, on a préparé les agents de fixation en solutions aqueuses. On a laissé reposer toutes les solutions aqueuses pendant 30 minutes avant de les appliquer au tissu.

Groupe I :

- 1) 0,5 % de l'agent fixateur de colorant N° 9 + 1 % d'acide acétique ;
- 2) 0,5 % de l'agent fixateur de colorant N° 31 + 1 % d'acide acétique ;
- 3) 0,5 % de l'agent fixateur de colorant N° 32 + 1 % d'acide acétique ;
- 4) 0,5 % de l'agent fixateur de colorant N° 33 + 1 % d'acide acétique ;
- 5) 0,5 % de l'agent fixateur de colorant N° 30 + 1 % d'acide acétique ;
- 6) 0,5 % de l'agent fixateur de colorant N° 2 + 1 % d'acide acétique ;
- 7) 0,5 % d'un agent fixateur de colorant à base de résine d'amine du commerce.

On a appliqué ces solutions à des tissus de rayonne teints directement par foulardage à une absorption d'humidité de 60 %, qu'on a séchés ensuite pendant 10 minutes à 149° C.

On a essayé des tissus quant à la perte de colorant et à la solidité au lavage en les plongeant pendant une heure à 71° C dans de l'eau contenant 0,1 % d'alkyl sulfate de sodium en tant qu'agent de mouillage. On a agité les bains périodiquement. On a agrafé une pièce de tissu de coton blanc à chaque échantillon teint pour déterminer le transfert de colorant. On a séché les échantillons à l'air à 20° C. On a estimé la perte de couleur et le transfert de couleur au tissu blanc sur la base de l'échelle d'estimation définie dans l'exemple 4.

Les résultats sont indiqués sur le tableau VI ci-dessous. On a constaté que les trois agents fixateurs de colorant du type hydrolysats brut (Nos 31, 32 et 33) sont identiques quant à leur rendement aux composés d'aminocalcoyl-silicium pur N° 9 et sont aussi bons, sinon meilleurs que l'agent fixateur de colorant à base de résine d'amine du commerce. Les agents fixateurs de colorant monomères (Nos 21 et 30) ont été légèrement inférieurs aux polymères et révèlent un comportement variable sur les quatre tissus différents teints directement.

Tableau VI

Agent fixateur de colorant utilisé (Echantillons 1 à 7)	Degré de perte de colorant et formation de taches			
	Turquoise	Rouge	Cuivre	Brun
Néant	4	4	4	4
N° 9	0	0	0	0
N° 31	0	0	0	0
N° 32	0	0	0	0
N° 33	1	0	0	0
N° 30	1	4	2	2
N° 2	0	4	3	3
du commerce	1	0	1	0

Une série analogue d'essais dans lesquels on a eu recours au chlorure cuprique pour complexer les agents fixateurs de colorant à base de silicium ont classé les agents de fixation dans le même ordre.

Exemple 7

On a essayé les agents fixateurs de colorant Nos 24, 25, 26, 27, 28, 29, 30, et 34 (Tableau I), quant à leur efficacité de fixation de colorant sur quatre tissus de rayonne teints directement en utilisant 1 % de l'agent de fixation et 1 % d'acide acétique dans les solutions. Dans chaque cas, on a foulardé les solutions sur des tissus teints qui ont été alors séchés pendant 10 minutes à 149° C. On a plongé alors le tissu dans de l'eau à 71° C pendant 1 heure pour estimer l'efficacité de fixation du colorant. Les estimations, en utilisant l'échelle de l'exemple 4, sont indiquées sur le tableau VII. Des changements de nuance dans l'essai ont rendu l'estimation

des échantillons difficile, mais il est évident que tous les composés d'aminocalcoyl-silicium ont été efficaces au moins dans une certaine mesure. L'efficacité s'étend de celle du N° 28 à celle du composé d'aminéthyle (N° 34).

50

Tableau VII

Agent fixateur de colorant utilisé	Degré de perte de colorant et formation de taches			
	Turquoise	Rouge	Cuivre	Brun
Néant	4	4	4	4
N° 34	3	3	3	3
N° 24	2	2	3	2
N° 25	0	2	3	2
N° 26	2	2	3	2
N° 27	1	2	2	2
N° 28	0	0	0	0
N° 29	0	2	3	2
N° 30	1	4	3	2

REVENDEICATION

Procédé pour améliorer la solidité des teintures ou impressions sur articles textiles, caractérisé en ce qu'on applique auxdits articles, préalablement teints ou imprimés, un composé d'aminocalcoyl-silicium ou un complexe métallique coordonné de ce dernier.

SOUS-REVENDEICATIONS

1. Procédé selon la revendication, caractérisé en ce que le complexe du composé de silicium est coordonné avec le cuivre ou le chrome.

2. Procédé selon la revendication, caractérisé en ce que l'article est en fibres cellulosiques.

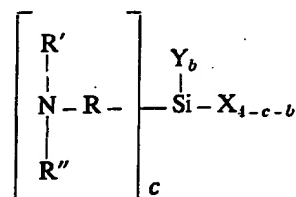
3. Procédé selon la revendication, caractérisé en ce qu'on applique le composé d'aminocalcoyl-silicium ou son complexe à l'article textile à partir d'une solution ou suspension dans de l'eau, dans un alcool ou dans un mélange d'eau et d'alcool.

4. Procédé selon la revendication, caractérisé en ce qu'on chauffe l'article textile à une température élevée après avoir appliqué le composé d'aminocalcoyl-silicium ou son complexe.

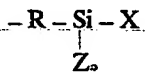
5. Procédé selon la sous-revendication 3, caractérisé en ce que la solution ou suspension du composé d'aminocalcoyl-silicium contient un acide.

6. Procédé selon la sous-revendication 5, caractérisé en ce que l'acide est un acide organique monobasique.

7. Procédé selon la revendication, caractérisé en ce que le composé d'aminocalcoyl-silicium ou ses complexes contiennent au moins un groupement fonctionnel de formule :



dans laquelle R est un reste d'hydrocarbure divalent présentant au moins trois atomes de carbone entre l'atome d'azote et l'atome de silicium, R' et R'' représentent des atomes d'hydrogène ou des radicaux. 5
alcoyle, aminoalcoyle, cyanoalcoyle, hydroxyalcoyle, carboxyalcoyle, carboalcoyalcoyle, ou aryle, ou le groupe monovalent :



X est un radical alcoxy ou l'atome d'oxygène d'un radical siloxylidine $[-O-Si\equiv]$; Y est un radical 10
hydroxy, alcoxy, ou aryle ; Z est un radical alcoxy, alcoyle ou aryle ; c est égal à 1 ou 2, b est égal à 0,1 ou 2, et c plus b n'est pas supérieur à 3.

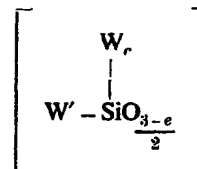
8. Procédé selon la sous-revendication 7, caractérisé en ce que X est un radical alcoxy et Y un radical 15
alcoyle ou aryle.

9. Procédé selon la sous-revendication 7, caractérisé en ce que le composé d'aminoalcoyl-silicium est un polysiloxane contenant des motifs répondant à la formule susdite dans laquelle X est un atome 20
d'oxygène d'un radical siloxylidine $(-O-Si\equiv)$.

10. Procédé selon la sous-revendication 9, caractérisé en ce que Y est un radical alcoxy ou hydroxy.

11. Procédé selon la sous-revendication 9, caractérisé en ce que Y est un radical alcoyle ou aryle, 25
c est égal à 2 et au moins trois desdits motifs sont réunis par des liaisons silicium-oxygène-silicium.

12. Procédé selon la sous-revendication 9, caractérisé en ce que le polysiloxane contient également au moins un motif de formule :



dans laquelle W et W' sont des radicaux hydrocar- 30
bure ; et e est un nombre entier dans la valeur comprise entre 0 et 2.

13. Procédé selon la revendication, caractérisé en ce que le composé d'aminoalcoyl-silicium est le 35
delta-aminobutylméthylsiloxane, un siloxane copolymère comprenant un diméthylsiloxane bloqué aux extrémités par un groupe triméthylsiloxy et des groupes delta-aminobutylméthylsiloxy ou des groupes N-bêta-aminoéthyl-gamma-aminoisobutylméthylsiloxy, N-bêta-cyanoéthyl-delta-aminobutylméthylpolysiloxane, ou un hydrolysate brut de delta-aminobutylméthyl- 40
polysiloxane.

14. Procédé selon la revendication, caractérisé en ce qu'on applique le composé d'aminoalcoyl-silicium à l'article textile à partir d'une solution conte- 45
nant des parties sensiblement égales d'eau et d'isopropanol et une faible quantité d'acide acétique.

15. Procédé selon la sous-revendication 7, caractérisé en ce que le composé d'aminoalcoyl-silicium est le N-bêta-aminoéthyl-gamma-aminopropyltriméthoxysilane. 50

Union Carbide Corporation
Mandataires : E. Blum & Co., Zurich

Ecrits et images opposés en cours d'examen

aucun